

**Udara ambien – Bagian 8: Cara uji kadar oksidan
dengan metoda *neutral buffer kalium iodida* (NBKI)
menggunakan spektrofotometer**



Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	2
3.1 Prinsip	2
3.2 Bahan	2
3.3 Peralatan	3
3.4 Pengambilan contoh uji	4
3.5 Persiapan pengujian	5
3.6 Pengujian contoh uji	6
3.7 Perhitungan	6
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu	7
4.1 Jaminan mutu	7
4.2 Pengendalian mutu	7
Lampiran A (normatif) Pelaporan	8
Lampiran B (informatif) Gambar rangkaian peralatan pengambil contoh uji oksidan	9
Bibliografi	10

Prakata

SNI Udara ambien – Bagian 8: Cara uji kadar oksidan dengan metoda neutral buffer kalium iodida (NBKI) menggunakan spektrofotometer ini dirumuskan dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode serta telah dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Udara dari Panitia Teknis Sistem Manajemen Lingkungan (Panitia Teknis 207S).

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 5 – 6 Agustus 2004 di Jakarta.



Udara ambien – Bagian 8: Cara uji kadar oksidan dengan metoda *neutral buffer kalium iodida* (NBKI) menggunakan spektrofotometer

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan oksidan di udara ambien dengan menggunakan metoda *neutral buffer kalium iodida* (NBKI).

Lingkup pengujian meliputi:

- Cara pengambilan contoh uji oksidan dengan menggunakan larutan penjerap.
- Cara perhitungan volum contoh uji gas yang dijerap.
- Cara penentuan oksidan di udara ambien menggunakan metoda *neutral buffer kalium iodida* secara spektrofotometri pada panjang gelombang 352 nm, dengan kisaran konsentrasi 0,01 ppm - 10 ppm ($19,6 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$ – $19620 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$ sebagai ozon).

2 Istilah dan definisi

2.1

udara ambien

udara bebas di permukaan bumi pada lapisan troposfir yang dibutuhkan dan mempengaruhi kesehatan manusia, makhluk hidup dan unsur lingkungan hidup lainnya

2.2

oksidan

senyawa kimia di udara yang dapat mengoksidasi ion iodida dalam larutan penjerap menjadi iod bebas.

2.3

midget impinger

botol tempat pengambil contoh uji yang dilengkapi dengan ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm

2.4

$\mu\text{g}/\text{Nm}^3$

satuan ini dibaca sebagai mikrogram per normal meter kubik, notasi N menunjukkan satuan volum hisap udara kering dikoreksi pada kondisi normal (25°C , 760 mmHg)

2.5

larutan induk

larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

2.6

larutan standar

larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

2.7

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

2.8

larutan penjerap

larutan yang dapat menyerap analat

2.9

blanko laboratorium

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

2.10

blanko lapangan

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji

2.11

pengendalian mutu

kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metoda, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Oksidan dari udara ambien yang telah dijerap oleh larutan NBKI dan bereaksi dengan ion iodida membebaskan iod (I_2) yang berwarna kuning muda. Konsentrasi larutan ditentukan secara spektrofotometri pada panjang gelombang 352 nm.

3.2 Bahan

3.2.1 Larutan penjerap oksidan

- Larutkan 10 g kalium iodida (KI) dalam 200 mL air suling.
- Pada tempat yang lain larutkan 35,82 g dinatrium hidrogen fosfat dodekahidrat ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$) dan 13,6 g kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) dengan 500 mL air suling dalam gelas piala.
- Tambahkan larutan kalium iodida sebagai larutan penyangga sambil diaduk sampai homogen.
- Encerkan larutan ini sampai volum 1000 mL dalam labu ukur dan diamkan selama paling sedikit 1 hari.
- Kemudian atur pH pada $6,8 \pm 0,2$ menggunakan larutan natrium hidroksida (NaOH) 1% (b/v) atau asam fosfat (H_3PO_4) 1% (b/v).

CATATAN 35,82 g $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ dapat diganti dengan 14,2 g dinatrium hidrogen fosfat (Na_2HPO_4).

3.2.2 Larutan induk Iod (I_2) 0,05 N

- Masukkan berturut-turut 16 g KI dan 3,173 g kristal I_2 ke dalam labu ukur 500 mL.
- Larutkan dengan air suling, dan tepatkan isi labu hingga tanda tera lalu homogenkan.
- Simpan pada suhu ruang paling sedikit selama 1 hari.
- Pindahkan ke dalam botol gelap dan disimpan di lemari pendingin.

3.2.3 Pembuatan larutan standar iod (I_2)

- Pipet 5 mL larutan induk Iod 0,05 N ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.
- Pipet 4 mL larutan hasil pengerjaan 3.2.3 butir a) ke dalam labu ukur 100 mL, dan tepatkan dengan larutan penjerap. Larutan ini digunakan untuk membuat kurva kalibrasi.

CATATAN Larutan ini stabil selama 1 sampai 2 hari.

3.2.4 Larutan asam klorida (HCl) (1+10)

Encerkan 10 mL HCl pekat dengan 100 mL air suling di dalam gelas piala.

3.2.5 Larutan natrium tio sulfat ($Na_2S_2O_3$) 0,1 N

- Larutkan 24,82 g natrium tio sulfat pentahidrat ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) dengan 200 mL air suling dingin yang sebelumnya telah dididihkan dalam gelas piala dan tambahkan 0,1 g natrium karbonat.
- Pindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL kemudian tepatkan dengan air suling dan homogenkan.
- Diamkan larutan ini selama 1 hari sebelum dilakukan standarisasi.

3.2.6 Hablur kalium iodat (KIO_3)

3.2.7 Asam klorida (HCl pekat) 37%

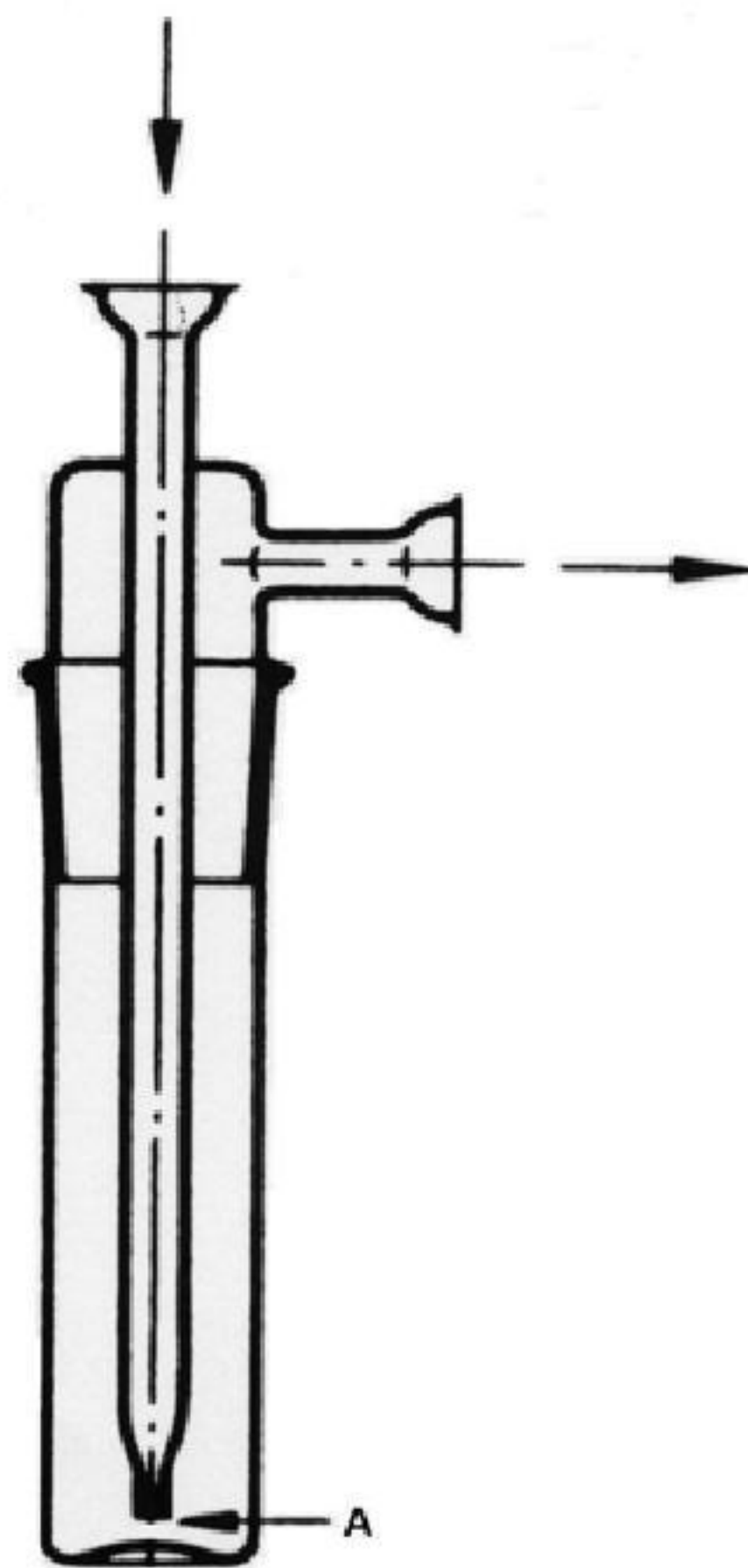
3.2.8 Hablur Kalium Iodida (KI)

3.2.9 Larutan indikator kanji

- Masukkan dalam gelas piala berturut-turut 0,4 g kanji dan 0,002 g merkuri (II) iodida, larutkan secara hati-hati dengan air mendidih sampai volum 200 mL.
- Panaskan larutan tersebut sampai larutan jernih, lalu dinginkan dan pindahkan ke dalam botol pereaksi.

3.3 Peralatan

- peralatan pengambil contoh uji oksidan seperti pada gambar 2; (setiap unit peralatan disambung dengan selang silikon dan tidak mengalami kebocoran)
- labu ukur 100 mL; 500 mL dan 1000 mL;
- pipet volumetrik 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 25 mL dan 50 mL;
- gelas ukur 100 mL;
- gelas piala 100 mL dan 1000 mL;
- tabung uji 10 mL;
- spektrofotometer UV- Vis dilengkapi kuvet;
- neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- buret 50 mL;
- desikator;
- labu erlenmeyer 250 mL;
- oven;
- termometer; dan
- barometer

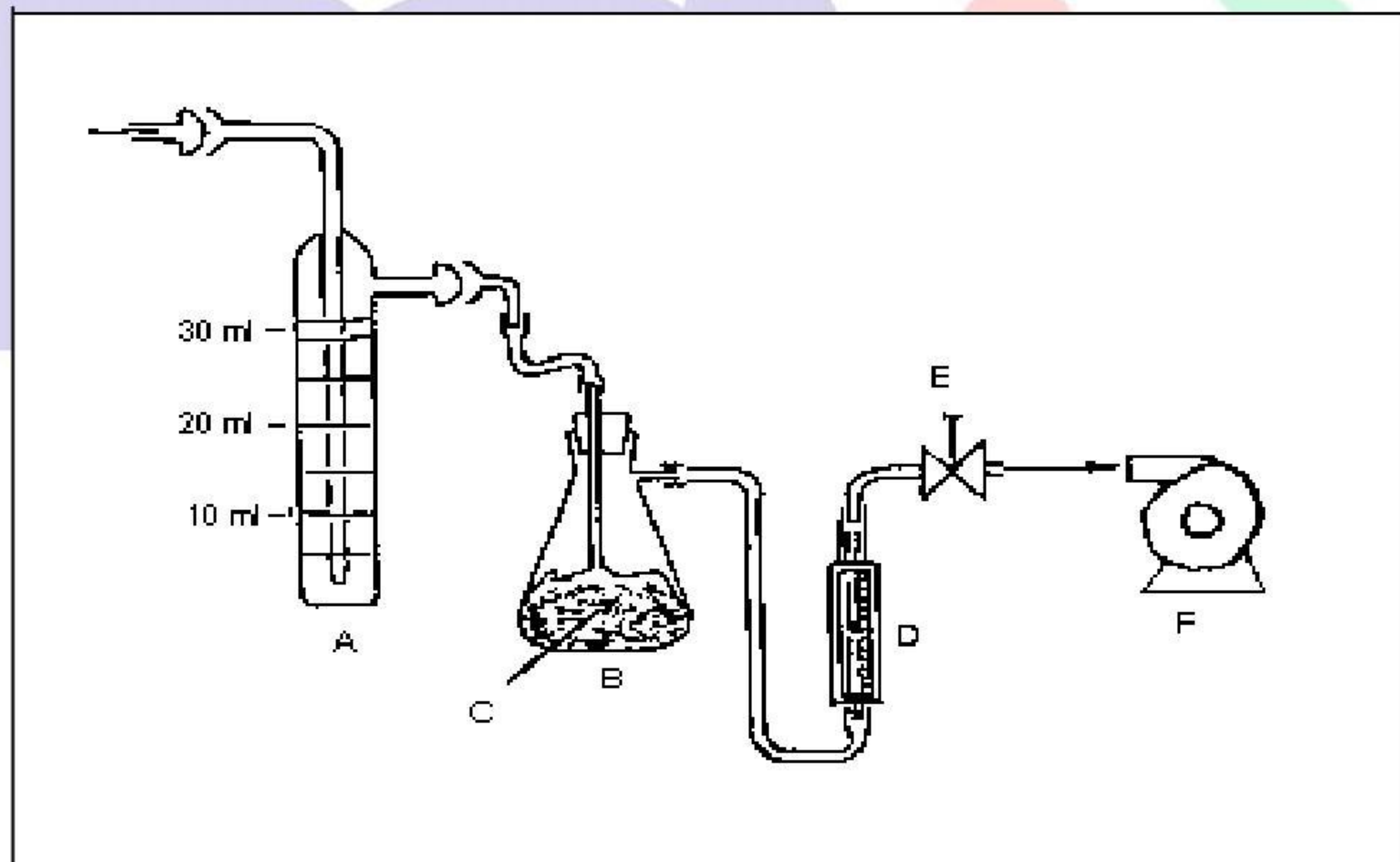


Keterangan gambar :

A adalah ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter dalam 1 mm

Botol penjerap midget impinger dengan kapasitas volum 30 mL

Gambar 1 Botol penjerap *Midget impinger*



dengan pengertian :

A adalah botol penjerap berwarna coklat volume 30 mL;

B adalah perangkat uap ;

C adalah serat kaca (*glass wool*);

D adalah flow meter yang mampu mengukur laju alir 0,5 L/menit;

E adalah kran pengatur;

F adalah pompa

Gambar 2 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji oksidan, O_x

3.4 Pengambilan contoh uji

- Susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada gambar 1.

- Masukkan larutan penjerap sebanyak 10 mL ke dalam botol penjerap. Atur atau tempatkan botol penjerap sedemikian rupa sehingga terhalang dari hujan dan terik matahari langsung.
- Hidupkan pompa penghisap udara dan atur laju alir 0,5 L/menit sampai 3 L/menit, setelah stabil catat sebagai laju alir awal (F_1).
- Lakukan pengambilan contoh uji selama 30 menit dan catat temperatur dan tekanan udara.
- Setelah 30 menit catat sebagai laju alir akhir (F_2) dan kemudian matikan pompa penghisap.

CATATAN Agar diperoleh konsentrasi oksidan yang optimal, maka pengambilan contoh uji harus dilakukan pada saat siang hari dengan rentang waktu antara jam 11.00 sampai 15.00.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Standarisasi larutan natrium tiosulfat 0,1 N

- Larutkan 0,35 g kalium iodat yang telah dipanaskan pada suhu 180°C selama 2 jam ke dalam labu ukur 100 mL dan tambahkan air suling sampai tanda tera.
- Pipet 25 mL larutan KIO_3 diatas ke dalam labu erlenmeyer.
- Tambahkan 1 g KI dan 10 ml HCl (1:10)
- Titrasasi dengan natrium tiosulfat sampai warna larutan kuning muda
- Tambahkan 5 mL indikator kanji, dan lanjutkan titrasi sampai titik akhir (warna biru tepat hilang). Catat volum larutan penitar yang diperlukan.
- Hitung normalitas natrium tiosulfat dengan rumus sebagai berikut :

$$N_1 = \frac{b \times 1000}{35,67 \times 100} \times \frac{V_b}{V_1}$$

dengan pengertian :

- N_1 adalah konsentrasi larutan natrium tio sulfat (N);
- b adalah bobot KIO_3 dalam 100 mL air suling (g);
- V_b adalah volum larutan KIO_3 yang digunakan dalam titrasi (mL);
- V_1 adalah volum larutan natrium tio sulfat hasil titrasi (mL);
- 35,67 adalah bobot ekivalen KIO_3 (BM KIO_3 /6).
- 100 adalah volum larutan KIO_3 yang dibuat dalam labu ukur 100 mL;
- 1000 adalah konversi liter (L) ke mL.

3.5.2 Standarisasi larutan iod 0,05 N

- Pipet 25 mL larutan induk iod ke dalam labu erlenmeyer 100 mL.
- Tambahkan 1 mL asam klorida pekat, diamkan di tempat gelap selama 10 menit.
- Titrasasi dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N sampai warna larutan kuning muda, kemudian tambahkan 3 tetes indikator kanji, lanjutkan titrasi sampai warna larutan biru muda. Catat volum larutan penitar yang diperlukan.
- Hitung normalitas iod (I_2) tersebut dengan rumus sebagai berikut:

$$N_2 = \frac{N_1 \times V_1}{V_2}$$

dengan pengertian :

- N_1 adalah konsentrasi larutan Natrium tiosulfat (N);
- N_2 adalah konsentrasi larutan Iod (N);
- V_1 adalah volum larutan Natrium tiosulfat hasil titrasi (mL);
- V_2 adalah volum larutan Iod yang dititrasi (mL).

3.5.3 Pembuatan kurva kalibrasi

- Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat.
- Siapkan tabung uji 10 mL, lalu pipet 0 mL, 0,5 mL, 1,0 mL, 1,5 mL, 2,0 mL, dan 3,0 mL larutan standar iod pada langkah 3.2.3 butir b. ke dalam masing-masing tabung uji.
- Tambahkan larutan penjerap sampai volum larutan 10 mL dan homogenkan.
- Ukur masing-masing larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 352 nm.
- Buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah oksidan (μg).

3.6 Pengujian contoh uji

- Dalam jangka waktu 30 menit – 60 menit setelah pengambilan contoh uji, masukkan larutan contoh uji ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, lalu ukur intensitas warna kuning yang terbentuk pada panjang gelombang 352 nm.
- Baca serapan contoh uji kemudian hitung jumlah oksidan (μg) dengan menggunakan kurva kalibrasi.

3.7 Perhitungan

3.7.1 Jumlah oksidan dalam larutan standar iod

Jumlah (μg) oksidan (dihitung sebagai ozon) dalam 1 mL larutan standar iod yang digunakan dalam pembuatan kurva kalibrasi dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$O_3 = 16 \times N_2$$

dengan pengertian:

O_3 adalah jumlah oksidan (μg);
 N_2 adalah normalitas Iod 0,05 N hasil standarisasi;
 16 adalah jumlah ekivalen O_3 (0,8 $\mu\text{g/mL}$) dibagi dengan normalitas Iod 0,05 N.

3.7.2 Volum contoh uji udara yang diambil

Volum contoh uji udara yang diambil, dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mmHg) dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$V = \frac{F_1 + F_2}{2} \times t \times \frac{P_a}{T_a} \times \frac{298}{760}$$

dengan pengertian:

V adalah volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760 mmHg;
 F_1 adalah laju alir awal (L/menit);
 F_2 adalah laju alir akhir (L/menit);
 t adalah durasi pengambilan contoh uji (menit);
 P_a adalah tekanan barometer rata-rata selama pengambilan contoh uji (mmHg);
 T_a adalah temperatur rata-rata selama pengambilan contoh uji (°K);
 298 adalah konversi temperatur pada kondisi normal (25°C) ke dalam Kelvin;
 760 adalah tekanan udara standard (mmHg).

3.7.3 Konsentrasi oksidan di udara ambien

Konsentrasi oksidan dalam contoh uji dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$C = \frac{a}{V} \times 1000$$

dengan pengertian:

- C adalah konsentrasi oksidan di udara ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$);
 a adalah jumlah oksidan dalam contoh uji yang diperoleh dari kurva kalibrasi (μg);
 V adalah volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25° , 760 mmHg;

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- Gunakan termometer dan barometer yang terkalibrasi.
- Gunakan alat ukur laju alir (*flow meter*) yang terkalibrasi .
- Hindari terjadinya penguapan yang berlebihan dari larutan penjerap dalam botol penjerap, gunakan *aluminium foil* atau box pendingin sebagai pelindung terhadap matahari.
- Hindari pengambilan contoh uji pada saat hujan.

4.2 Pengendalian mutu

4.2.1 Uji blanko

- Uji blanko laboratorium

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di laboratorium.

- Uji blanko lapangan

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di lapangan.

4.2.2 Linieritas kurva kalibrasi

Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,998 (atau sesuai dengan kemampuan laboratorium yang bersangkutan) dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

CATATAN Jaminan dan pengendalian mutu dilakukan sesuai dengan kebijaksanaan laboratorium yang bersangkutan.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja :

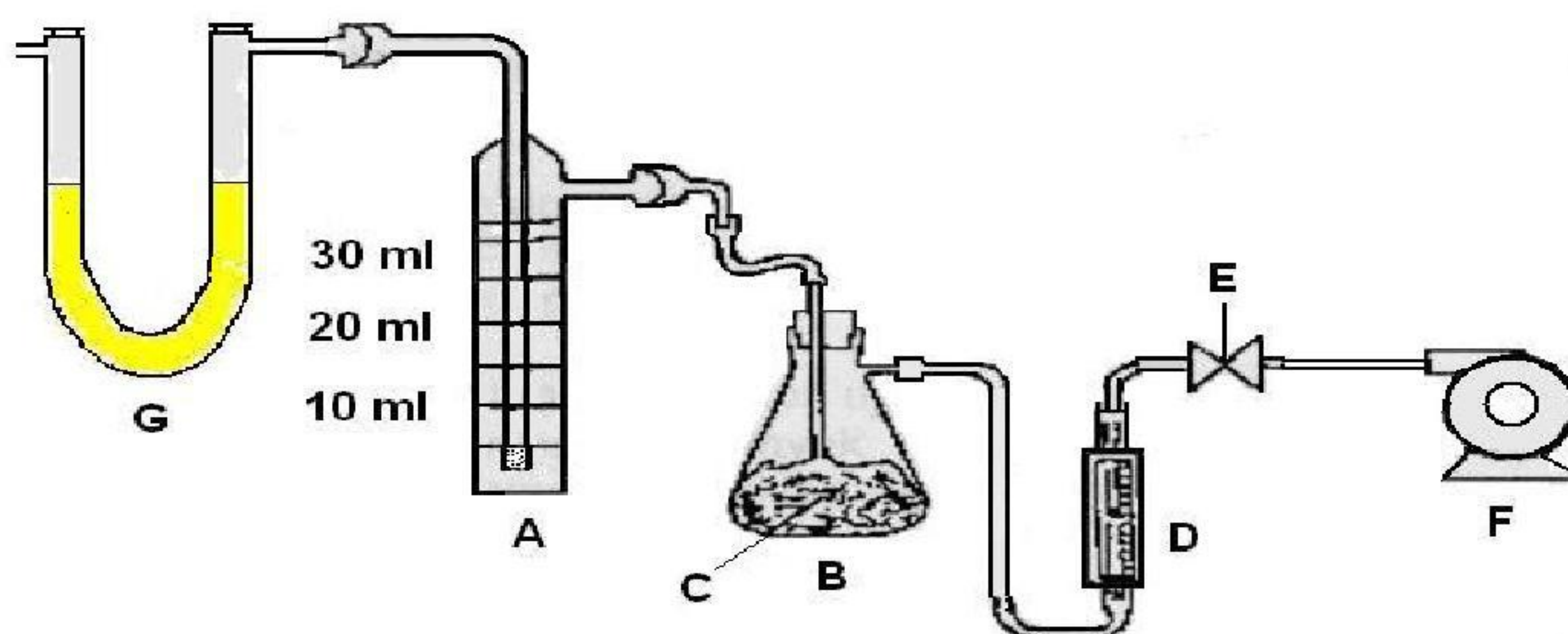
- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama dan tanda tangan analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Batas deteksi.
- 6) Perhitungan.
- 7) Data pengambilan contoh uji.
- 8) Hasil pengukuran blanko.
- 9) Hasil pengukuran contoh uji.
- 10) Kadar O₃ dalam contoh uji.



LAMPIRAN B

(informatif)

Gambar rangkaian peralatan pengambil contoh uji oksidan



dengan pengertian :

- | | |
|---|--|
| A adalah botol penjerap berwarna coklat volume 30 mL; | E adalah kran pengatur; |
| B adalah perangkat uap; | F adalah pompa; dan |
| C adalah serat kaca (<i>glass wool</i>); | G adalah alat penjerap SO_2 . |
| D adalah <i>flow meter</i> yang mampu mengukur laju alir 0,5 L/menit; | |

CATATAN Untuk daerah dengan kandungan SO_2 tinggi maka di depan impinger dipasang alat penjerap SO_2 yang berupa kertas saring yang telah diimpregnasi dengan larutan 2,5 g CrO_3 dan 0,75 mL H_2SO_4 pekat per 400 cm^2 kertas saring.

Gambar B.1 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji oksidan, O_x untuk daerah dengan kandungan SO_2 tinggi

Bibliografi

Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 41 tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara. BAPEDAL.

Lodge, James (ed). 1988. *Methods of Air Sampling and Analysis. Method 411. Third Edition. Determination of Oxidizing Substances in the Atmosphere. APHA Intersociety Committee. Washington.* p 403 – 406.

Anonim, 1994, *ISO Standar Compaendium, Environment Air Quality*, First Edition.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id